SILICON NITRIDE-BASED SINTERED COMPACT

Patent Number:

JP5201766

Publication date:

1993-08-10

Inventor(s):

MITSUNAGA TOSHIKATSU; others: 02

Applicant(s):

DENKI KAGAKU KOGYO KK

Requested Patent:

Application Number: JP19920035624 19920127

Priority Number(s):

IPC Classification:

C04B35/58

☐ <u>JP5201766</u>

EC Classification:

Equivalents:

Abstract

PURPOSE:To provide a silicon nitride-based sintered compact excellent in wear resistance and suitable for use as a wear resistant liner, a rolling roll, a guide roll, a welding jig, a cutting tool, etc. CONSTITUTION: This silicon nitride-based sintered compact contains 1-10wt.% one or more kinds of compds. selected from among Al2O3, MgO, SiO2, SrO, CaO, AlN and compds. separately contg. them and 1-10wt.% each (expressed in terms of Nd2O3 and Pr6O11) of Nd and Pr components.

Data supplied from the esp@cenet database - 12

Only the part describing density in JP Kokai Hei 5-201766 is translated. If the translation of the full text is required, please let us know.

Examples 1 to 12, Comparative examples 1 to 10

5 A vessel was filled with Si₃N₄ powder having a mean particle diameter of 1 μm and chlorocene as a solvent, then the sintering aid and wear proof agent, which are weighed to have the weight shown in Fig.1 are added therein. The raw material mixture in the vessel was subjected to wet blending to prepare the mixed raw material powder. After forming it in the mold, the formed body was subjected to CIP processing, then the obtained formed body was sintered under the temperature of 1700 °C for 20 hours at ambient temperature to obtain a silicone nitride-natured sintered body. In Comparative example 1, a marketed alumina sintered

body was used.

(End)

Table 1

		Composition (weight%)	Harchess	Fracture	Ring an disc	Sand blast
	Si ₃ N ₄	Sintering aid, wear proof agent	(Hv)	(Wir ecty)	(X10 ³ cm)	wear arrount (q)
Example 1	85	Nd ₂ O ₃ :5 Pr ₆ O ₁₁ :5 Al ₂ O ₃ :5	1570	8.0	2.0	2.2
Example 2	85	Nd ₂ O ₃ :2 Pr ₆ O ₁₁ :8 Al ₂ O ₃ :5	1530	7.8	2.4	2.7
Example 3	85	Nd ₂ O ₃ :8 Pr ₆ O ₁₁ :2 Al ₂ O ₃ :5	1510	7.9	2.4	2.6
Example 4	90	Nd ₂ O ₃ :3 Pr ₆ O ₁₁ :2 Al ₂ O ₃ :5	1600	8.0	1.4	1.8
Example 5	98	Nd ₂ O ₃ :3 Pr ₆ O ₁₁ :2 Al ₂ O ₃ :5 AlN:4	1630	8.2	1.7	
Example 6	85	A:10 Al ₂ O ₃ :5	1620	8.4	1.9	2.0
Example 7	90	A:5 Al ₂ O ₃ :5	1650	8.1	1.3	1.6
Example 8	98	A:5 Al ₂ O ₃ :5 CaO:4	1550	7.8	2.2	2.1
Example 9	98	A:5 Al ₂ O ₃ :5 AlN:4	1660	8.8	1.6	1.8
Example 10	90	A:10 SiO ₂ :5	1580	8.2	1.7	2.0
. Example 11	90	A:5 Al ₂ O ₃ :3 MgO:2	1620	8.3	1.8	2.2
Example 12	90	A:5 Al ₂ O ₃ :3 SrO:2	1610	8.4	2.0	2.0
Omparative Example 1	1	Marketed Alumina sinterd body	1300	4.0	14.3	21.5
Oriparative Example 2	90	Al ₂ O ₃ :10	1620	5.1	5.5	6.5
Omparative Example 3	90	Y ₂ O _{3:5} Al ₂ O ₃ :5	1640	6.5	3.8	3.8
Omparative Example 4	90	CeO ₂ :5 Al ₂ O ₃ :5	1650	6.8	3.6	3.4
Organitive Example 5	90	MgO:3 Y ₂ O ₃ :5 Al ₂ O ₃ :2	1640	9.9	3.7	3.8
Omparative Example 6	90	Pr ₆ O ₁₁ :5 Y ₂ O ₃ :5	1580	7.1	3.8	3.5
Omparative Example 7	90	MgSiO ₃ :10	1590	5.0	6.2	
Orpgrative Example 8	85	Nd ₂ O ₃ :10 Al ₂ O ₃ :5	1580	7.0	3.1	3.8
Orparative Example 9	85	Pr ₆ O ₁₁ :10 Al ₂ O ₃ :5	1550	9.9	3.0	4.2
Omparative Example 10	80	A:15 Al ₂ O ₃ :5	1600	7.0	3.3	3.4
27 - 27		-		~		

Note: "A"represents Dibym oxide(Nd₂O₃ 76.6% Pr₆P₁₁ 22.6%)

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-201766

(43)公開日 平成5年(1993)8月10日

(51)Int.Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

FΙ

技術表示箇所

C 0 4 B 35/58

102 C 8821-4G

審査請求 未請求 請求項の数1(全 4 頁)

(21)出願番号	特願平4-35624	(71)出願人	000003296 電気化学工業株式会社
(22)出顧日	平成 4年(1992) 1月27日	(72)発明者	東京都千代田区有楽町1丁目4番1号 光永 敏勝 福岡県大牟田市新開町1 電気化学工業株
		(72)発明者	式会社大牟田工場内 津留 隆志 福岡県大牟田市新開町1 電気化学工業株 式会社大牟田工場内
		(72)発明者	今村 保男 福岡県大牟田市新開町 1 電気化学工業株 式会社大牟田工場内

(54)【発明の名称】 窒化珪素質焼結体

(57)【要約】

【目的】 耐摩耗ライナー、圧延ロール、ガイドロール、溶接治具、切削工具等に好適な耐摩耗性に優れた窒化珪素質焼結体の提供。

【構成】 $A1_2O_3$ 、MgO、 SiO_3 、SrO、CaO 、A1N 及び それらを成分とする化合物の中から選ばれた 1 種又は 2 種以上を $1\sim10$ 重量%、Nc成分及びPr成分を Nd_2O_3 及 VPr。 O_3 、換算でそれぞれ $1\sim10$ 重量%を含むことを 特徴とする窒化珪素質焼結体。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 Al, O, 、MgO、SiO, 、SrO、CaO、AlN 及びそれらを成分とする化合物の中から選ばれた1種又 は2種以上を1~10重量%、Nd成分及びPr成分をNd O ,及びPr。Q、換算でそれぞれ1~10重量%を含んでな ることを特徴とする窒化珪素質焼結体。

1

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、耐摩耗性に優れた窒化 珪素質焼結体に関する。

[0002]

【従来の技術】窒化珪素は、強度が大きく、耐熱衝撃性 と耐食性に優れており、同じ高強度材料である炭化珪素 に比べて靭性が高く取扱いやすい利点があるので近年さ まざまな分野で用いられている。

【0003】例えば、従来、ライナーにはアルミナが用 いられてきたが、摩耗が激しいので窒化珪素が注目され 始めた。また、金属線材圧延ロールやガイドロールには 室化珪素が利用されるようになり、ロールの寿命向上と 線材の質向上に寄与してきた(特開昭59-21413 号公報)。しかし、冷間圧延工程やガイドロール等の比 較的緩やかな条件では問題なく使用できるが、条件がよ り過酷な熱間圧延工程では、表面の肌荒れ等が問題とな っており、より耐摩耗性の良好な窒化珪素セラミックス の開発が望まれていた。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】本発明者らは、以上の ような状況に鑑み、窒化珪素セラミックスの耐摩耗性の 改善について鋭意検討を進めた結果、特定の希土類を特 定量存在させればよいことを見出し、本発明を完成させ たものである。

[0005]

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明は、A1 ュO』、MgO 、SiO』、SrO 、CaO 、AIN 及びそれらを成分 とする化合物の中から選ばれた1種又は2種以上を1~ 10重量%、Nd成分及びPr成分をNd,O,及びPr,O,でそ れぞれ1~10重量%を含んでなることを特徴とする窒 化珪素質焼結体である。

【0006】以下、さらに詳しく本発明について説明す る。

【0007】従来より、窒化珪素の焼結助剤にはさまざ まな元素の酸化物や窒化物が検討されている。例えば、 特開昭57-141393号公報では、Pr.O., もしくは Pr。Q1とY20とを併用することが検討されているが、得 られた焼結体の耐摩耗性は十分でなかった。

【0008】本発明は、耐摩耗性の向上を目的とし、そ の向上剤として、例えばNd, O, とPr, O,1のようなNd成分 とPr成分を併用し、焼結助剤として、Al,O,、MgO、Si Q、SrO、CaO、AIN 及びそれらを成分とする化合物の 中から選ばれた1種又は2種以上を用いたところに大き 50

な特徴がある。

【0009】耐摩耗性向上剤であるNd成分及びPr成分の 窒化珪素焼結体中における存在量は、Nd, O。及びPr。O.、、 換算でそれぞれ1~10重量%である。Nd成分又はPr成 分が1重量%未満では耐摩耗性が向上せず、また、10 重量%をこえると窒化珪素本来の特性が損なわれる。

【0010】上記Nd成分とPr成分の割合にあって、Nd/ Prの好ましい重量比は1/10~10/1である。これ の具体例としてはジジムがあるのでそれを使用するのが 10 便利である。

【0011】一方、焼結助剤であるAl, O, 、MgO、Si Q、SrO、CaO、AIN 及びそれらを成分とする化合物の 中から選ばれた1種又は2種以上の窒化珪素焼結体中に おける存在量は、1~10重量%であることが必要であ る。1重量%未満では緻密な焼結体にはならず、また1 0重量%をこえると窒化珪素本来の特性が損なわれる。 本発明においては、例えば、CaO、AIN、AI,O, を加え サイアロン質焼結体にすることもできる。

【0012】本発明においては、La,O,、Y,O, CeO,、 Sm, O。等のようなNd成分とPr成分以外の希土類を含むこ とは好ましくないが、不可避不純物としてそれぞれ1 重 量%程度までの含有は問題とならない。また、TiC、Ti N、CoO、Fe,O。等公知の耐摩耗性向上剤を含ませるこ ともできる。

【0013】本発明の窒化珪素質焼結体は以下の方法に よって好ましく製造することができる。すなわち、平均 粒径0.8~1.0 μm のSi,N, 粉末に、Al,O, 、MgO 、Si Q、SrO、CaO、AIN 及びそれを成分とする化合物の中 から選ばれた焼結助剤の1種又は2種以上を1~10重 量%、Nd,O, 及びPr。O, をそれぞれ1~10重量%又は ジジムを酸化物換算で1~10重量%添加し、クロロセ ン等の有機溶媒と共にボールミルにて1~5時間の湿式 混合を行い、乾燥後、解砕して混合原料粉末を調整す る。次いで、それをプレス成形、冷間静水圧法(CIP 法)、射出成形、押し出し成形、鋳込み成形等により成 形した後、常圧焼結、ホットプレス焼結、熱間静水圧 (HIP) 焼結等により焼結することによって製造する ことができる。

[0014]

【実施例】以下、実施例と比較例をあげてさらに具体的 に本発明を説明する。

実施例1~12 比較例1~10

平均粒径 1 μmのSi, N。粉末に焼結助剤と耐摩耗向上剤 を表1に示す量を秤量し、クロロセンを溶媒として1時 間の湿式混合を行い混合原料粉末を調整した。それを金 型成形後、2.7 ton /cm² 圧でCIP処理して成形体を 成形し、温度1700℃×20時間常圧焼結して相対密 度97~99%の窒化珪素質焼結体を製造した。比較例 1は市販のアルミナ焼結体である。

【0015】得られた窒化珪素質焼結体を平面研削盤で

40×40×5mmに研削後、ダイヤモンドスラリー (粒径1~2µm)を用い市販のウインゴ研磨機で鏡面 に仕上げ、硬度、破壊靭性及び耐摩耗性を以下に従って 測定した。それらの結果を表1に示す。

【0016】表1から明らかなように、本発明の窒化珪 素質焼結体は、サンドブラストと摺動摩耗の何れの耐摩 耗性試験においても優れていることがわかる。

【0017】(1)硬度:ビッカース硬度計(明石 製作所製 荷重20kg)

(2)破壊靭性: JIS R 1606に準じた I F法(明石 10 ノズル; 穴径7 mm 材質B.C. 製作所製 荷重20kg)

(3) 耐摩耗性(リングオンディスク法):水中で銅リ ングを押し付けながら一定周速で回転させた際の摩耗量 を測定した。

試験機;神鋼造機株式会社製

相手材:銅リング(外径25×内径20×厚み20m

m)

荷 重; 125 Kg/cm² 周 速:0.1 m/s 試験時間:120分

評 価;120分試験後の摩耗量(cm')

【0018】(4)耐摩耗性(サンドブラスト法):焼

結体に研磨材を所定時間噴射し摩耗量を求めた。

試験機:サンドプラスト(不二製作所製「形式SF-4

5-401])

研磨材:アルミナ質ホワイトランダム(#60)

噴射時間:120分

噴射スパン;距離50mm 角度90度 評 価:120分噴射後の摩耗量(q)

[0019] 【表1】

1570 8.0 1530 7.8	1570		A) .0. · F. 1570		Al ±0a : 5 1570
	2	: 5 1570	0.01 C	Al 20 : 5 1570	
		: 5 1530	Al 20s : 5 1530	Al 20s : 5 1530	Al 20s : 5 1530
1510 7.9		: 5 1510	Al ₂ 0 ₃ : 5 1510	Al ₂ 0 ₃ : 5 1510	Al ₂ 0 ₃ : 5 1510
1600 8.0 1.4	8.0	: 5 1900 8.0	Al ₂ 0 ₃ : 5 1800 8.0	Al ₂ 0 ₃ : 5 1800 8.0	Al ₂ 0 ₃ : 5 1800 8.0
AIN : 4 1630 8.2 1.7	: 4 1630 8.2	: 5 AlN : 4 1630 8.2	Als0, : 5 AlN : 4 1680 8.2	Als0, : 5 AlN : 4 1680 8.2	Als0, : 5 AlN : 4 1680 8.2
1620 8.4 1.9	8.4	8.4	8.4	1520 8.4	1520 8.4
1650 8.1 1.3	8.1	8.1	8.1	1650 8.1	: 5 1650 8.1
7.8	7.8	: 4 1550 7.8	1550 7.8	Ca0 : 4 1550 7.8	: 5 Ca0 : 4 1550 7.8
	8.8	: 4 1660 8.8	: 4 1660 8.8	AIN: 4 1680 8.8	: 5 AIN : 4 1680 8.8
8.2	8.2	1580 8.2	1580 8.2	1580 8.2	5 1580 8.2
1620 8.3 1.8	1620 8.3	: 2 1620 8.3	1620 8.3	MgO : 2 1620 8.3	: 3 MgO : 2 1620 8.3
1610 8.4 2.0	1810 8.4	: 2 1610 8.4	1810 8.4	Sr0 : 2 1810 8.4	: 3 Sr0 : 2 1810 8.4
1300 4.0 14.3	4.0	4.0	1300 4.0	1300 4.0	1300 4.0
5.1	5.1	5.1	1620 5.1		
\perp			1620		
_				_	
-				_	
\perp			1620		
	1620 1810 1300 1620	: 2 1620 : 2 1810 1300	EG : 2 1620 170 : 2 1810 1300	kg : 2 1620 r0 : 2 1810	ዜዕ : 2 1620 ሴን : 2 1810 1300
1550 1620 1580 1620 1810 1800		: 4 : 2 : 2	20 : 4 IN : 4 EO : 2 50 : 2	20:4 IN:4 E0:2 r0:2	20:4 IIN:4 E0:2 10:2
		: 4 : 4 : 2 : 2	30 : 4 IIN : 4 EG : 2 370 : 2	20 : 4 IIN : 4 g0 : 2 r0 : 2	30 : 4 11N : 4 EO : 2 50 : 2
	: 5 AIN :	: 4 : 5 AIN : 4 : 4 : 2 : 2	Alz0, : 5 AlN : 30 : 4 IN : 4 50 : 2 50 : 2	Alz0, : 5 AlN : 20 : 4 IN : 4 E0 : 2 50 : 2	Al 20 : 5 AlN : 20 : 4 LIN : 4 EG : 2 50 : 2
		. 2 . 4 . 4 . 2 2	Als0s 11N : 4 11N : 4 150 : 2	Als0s 20 : 4 11N : 4 120 : 2	Als0s 10 : 4 10 : 2 10 : 2
		Prol: : : Prol: : : : Prol: : : : : : : : : : : : : : : : : : :	Pro0.1 Pro0.1 Pro0.1 Als0s: : Als0s: :	ALOUND AND PROPERTY OF THE PR	
8 Pre01: 2 Al. 8 Pre01: 2 Al. 9 Pre01: 2 Al. 10 Al203: 5 Al203: 5 Al203: 5 AlN Si0a: 5 Al203: 8 McO Al203: 8 SrO Al204: 8 SrO	2 Pre0,1:8 8 Pre0,1:2 3 Pre0,1:2 3 Pre0,1:2 3 Pre0,1:2 4150,:5 4150,:5 4150,:5 4150,:5 4150,:3 % 4150,:3 %	: 5 Pr.01; 5 : 2 Pr.01; 8 : 8 Pr.01; 2 : 3 Pr.01; 2 : 3 Pr.01; 2 : 5 Al.03; 5 Al.03	: 2 Pre01: 3 Pre01:	5 PP	[2] S S S S
8 Pre01:2 Al. 8 Pre01:2 Al. 9 Pre01:2 Al. 10 Al20, : 5 Al20, : 3	2 Pre0,1:8 8 Pre0,1:2 3 Pre0,1:2 3 Pre0,1:2 1 Algo : 5 Algo : 5 Algo : 5 A	20; 5 Pro1; 5 20; 15 2	203 : 2 Pr60.1 203 : 8 Pr60.1 203 : 8 Pr60.1 203 : 3 Pr60.1 : 1 0 Al203 : 5 Al203 : 7 Al204 : 7 Al204 : 7 Al204 Al204	20, : 5 Pr 20, : 2 Pr 20, : 3 Pr 20, : 3 Pr : 1 0 Alg : 5 Alg : 5 Alg : 5 Alg : 5 Alg : 5 Alg	10 : 2 : 8 : 8 : 8 : 8 : 8 : 8 : 8 : 8 : 8
s:8 Pre01:2 Al. s:3 Pre01:2 Al. s:3 Pre01:2 Al. 10 Al20s:5 5 Al20s:5 5 Al20s:5 AlN 5 Al20s:5 AlN 5 Al20s:5 AlN 5 Al20s:3 McO 5 Al20s:3 NcO 5 Al20s:3 SrO 5 Al20s:3 SrO 6 Al20s:3 SrO	2 Pre0,1:8 8 Pre0,1:2 3 Pre0,1:2 3 Pre0,1:2 3 Pre0,1:2 4150,:5 4150,:5 4150,:5 4150,:5 4150,:3 % 4150,:3 %	Nd20, : 5 Pr ₄ 0 ₁₁ : 5 Nd20, : 2 Pr ₄ 0 ₁₁ : 8 Nd20, : 2 Pr ₆ 0 ₁₁ : 8 Nd20, : 3 Pr ₆ 0 ₁₁ : 2 Nd20, : 3 Pr ₆ 0 ₁₁ : 2 A: 1 0 Al20, : 5 A: 5 Al20, : 3 Al20, :	NG-03 : 2 Pr-01 : NG-03 : 3 Pr-01 : NG-03	Nd203 : 5 Pr Nd203 : 8 Pr Nd203 : 3 Pr Nd203 : 3 Pr A : 1 0 Ad20 A : 5 Ad20	NG203: 2 NG203: 8 NG203: 3 A: 1 0 A: 5 A: 5 A: 5 A: 5 A: 5 A: 5 A: 5
Nd ₂ 0 ₃ : 8 Pr ₂ 0 ₁ : 2 Al Nd ₂ 0 ₃ : 3 Pr ₂ 0 ₁ : 2 Al Nd ₂ 0 ₃ : 3 Pr ₂ 0 ₁ : 2 Al A : 1 0 Al ₂ 0 ₃ : 5 Al A : 5 Al ₂ 0 ₃ : 5 Al A : 5 Al ₂ 0 ₃ : 5 Al A : 5 Al ₂ 0 ₃ : 5 Al A : 5 Al ₂ 0 ₃ : 5 Al A : 5 Al ₂ 0 ₃ : 5 Al A : 5 Al ₂ 0 ₃ : 3 Ng A : 5 Al ₂ 0 ₃ : 3 Ng A : 5 Al ₂ 0 ₃ : 3 Ng A : 5 Al ₂ 0 ₃ : 3 Ng	Nugue				
Nd20a : 8 Pre01 : 2 Al. Nd20a : 3 Pre01 : 2 Al. Nd20a : 3 Pre01 : 2 Al. A : 1 0 Al20a : 5 A : 5 Al20a : 5 A : 5 Al20a : 5 AlN A : 5 Al20a : 3 Al20 A : 5 Al20a : 3 Al20 A : 5 Al20a : 3 Al20 A : 5 Al20a : 3	85 NA203 : 2 Pra011 : 8 85 NA203 : 2 Pra011 : 8 86 NA203 : 3 Pra011 : 2 86 NA203 : 3 Pra011 : 2 86 A : 1 0 Alg 03 : 5 86 A : 5 Alg 03 : 5 Alg 03 : 5 86 A : 5 Alg 03 : 5 Alg 03 : 5 90 A : 5 Alg 03 : 3 Na 03 : 3 90 A : 5 Alg 03 : 3 Na 03	8 8 8 8 8 8 8 8 8 8 8 8 1 8	3 8 8 8 8 8 8 8 8 8 1 8	8 8 8 8 8 8 8 8 8 8 8 8 8 1 8	8888888888

【0020】 【発明の効果】本発明の窒化珪素質焼結体は、耐摩耗性 に優れたものである。本発明の窒化珪素質焼結体は、耐 40

摩耗ライナー、圧延ロール、ガイドロール、溶接治具、 切削工具等の耐摩耗部材として使用することができる。